CLIPPEDIMAGE= JP411292685A

PAT-NO: JP411292685A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11292685 A

TITLE: APPARATUS FOR EXTENDING LIFE OF GRAPHITE SUSCEPTOR FOR GROWING SILICON

SINGLE CRYSTAL BY COATING WITH SILICON NITRIDE AND EXTENDING METHOD

PUBN-DATE: October 26, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME COUNTRY
WITAWATTO, WIJARANAKURA N/A
GARY, RANDOLPH HYDE N/A
MENGITSU, IEMANEEBERUHANE N/A
AKIRA, UCHIKAWA N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME COUNTRY

SEH AMERICA INC N/A

APPL-NO: JP10108537

APPL-DATE: April 3, 1998

INT-CL (IPC): C30B015/10;C30B029/06;H01L021/208

#### ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an apparatus and process for extending the life of a graphite susceptor to be used in a lifting

apparatus for silicon

crystal by Czochralski (Cz) method.

SOLUTION: A barrier layer 40 for forming an oxygen diffusion barrier is formed

between the outer surface of a quartz crucible 22 and the inner surface of a

graphite susceptor 18 to decrease the surface corrosion of the graphite

susceptor causing the breakage of the graphite susceptor and extend the life of

he graphite susceptor. Preferably, the barrier layer contains silicon nitride and is applied to the outer surface of the quartz crucible and/or the inner surface of the graphite susceptor.

COPYRIGHT: (C) 1999, JPO

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

# (11) 許出顧公開番号

# 特開平11-292685

(43)公開日 平成11年(1999)10月26日

(51) Int.CL.*		識別記号	FΙ			
C30B	15/10		C30B	15/10		
	29/06	502		29/06	502B	
H01L	21/208		H01L	21/208	P	

#### 審査請求 未請求 請求項の数25 FD (全 6 頁)

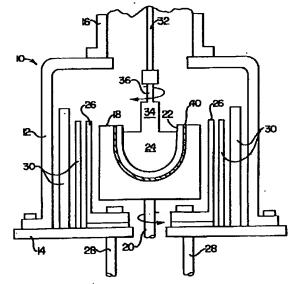
, , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	<b>時顧平10−108537</b> 平成10年(1998) 4月3日	(71)出願人 598006705 エスイーエイチ・アメリカ,インコーポ イテッド アメリカ合衆国、98682-6776 ワシン
(22)出顧日	平成10年(1998)4月3日	イテッド
		アメリカ合衆国 98682-6776 ワシン
		ファッパロ外間、50002 9770 ファン
		ン、ヴァンクーヴァー、エヌイー・アウ
		=a- 4111
		(72)発明者 ウィタワット・ウィジャラナクラ
		アメリカ合衆国、98684 ワシントン、
		ァンクーヴァー、サウス・イースト・ワ
		ハンドレッドアンドフィフティーナイン
		ス・プレイス 1201
		(74)代理人 弁理士 奥山 尚男 (外3名)

# (54) 【発明の名称】 シリコンナイトライド被優により単結晶シリコン成長用のグラファイトサセプタの寿命を延長するための装置および方法

## (57)【要約】

【課題】 チョクラルスキ (Cz)シリコン結晶の引き 上げ装置において使用されるグラファイトサセプタの寿 命を延長するための装置および方法を提供する。

【解決手段】 石英ルツボの外表面とグラファイトサセアタの内表面の間に酸素の拡散のバリアを形成しバリア層を設けることを含み、グラファイトサセアタの破壊故障を引き起こすグラファイトサセアタの表面侵食を減少させ、それによってグラファイトサセアタの寿命を延長するための装置および方法。



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 単結晶の成長にグラファイトサセプタおよび石英ルツボを使用するチョクラルスキCzシリコン結晶引き上げ装置用の装置であって、

酸素の拡散のバリアである材料を含み、石英ルツボの外表面とグラファイトサセプタの内表面との間に設けられ、グラファイトサセプタの表面侵食を実質的に減少させ、グラファイトサセプタの寿命を延長するバリア層を有する装置。

【請求項2】 上記の材料がシリコンナイトライドを含 10 む請求項1に記載の装置。

【請求項3】 上記の材料が石英ルツボの外表面に被覆されている請求項1に記載の装置。

【請求項4】 上記の材料がグラファイトサセプタの内表面に被覆されている請求項1に記載の装置。

【請求項5】 上記の材料が石英ルツボの外表面に部分的に被覆されている請求項1に記載の装置。

【請求項6】 上記の材料がグラファイトサセプタの内表面に部分的に被覆されている請求項1に記載の装置。

【請求項7】 単結晶の成長用にグラファイトサセプタ 20 およびシリコン融液を入れた石英ルツボを使用するチョクラルスキCzシリコン結晶引き上げ装置用の装置であって、

酸素の拡散のバリアである材料を含み、石英ルツボの外 表面に設けられ、グラファイトサセプタの表面侵食を実 質的に減少させ、シリコン融液の加熱を改善するバリア 層を有する装置。

【請求項8】 上記の材料がシリコンナイトライドを含む請求項7に記載の装置。

【請求項9】 上記の材料が石英ルツボの外表面に被覆 30 されている請求項7に記載の装置

【請求項10】 上記の材料が石英ルツボの外表面に部分的に被覆されている請求項7に記載の装置

【請求項11】 単結晶の成長用にグラファイトサセプタおよびシリコン融液を入れた石英ルツボを使用するチョクラルスキCzシリコン結晶を引き上げる方法であって、(a)酸素の拡散のバリアである材料を準備し、かつ(b)グラファイトサセプタの侵食を実質的に減少させ、シリコン融液の加熱を改善する石英ルツボの外表面とグラファイトサセプタの内表面との間に、上記バリア 40材料を含有する層を設けるステップを含む方法。

【請求項12】 上記材料がシリコンナイトライドを含む請求項11に記載の方法。

【請求項13】 上記ステップ(b)が石英ルツボの外表面に上記バリア材料を被覆することを含む請求項11 に記載の方法。

【請求項14】 上記ステップ(b)がグラファイトサセプタの内表面に上記バリア材料を被覆することを含む請求項11に記載の方法。

【請求項15】 上記ステップ(b)が石英ルツボの外 50 侵食を防止する有効な方法はなかった。石英ルツボを保

2 表面に上記バリア材料を被覆することを含む請求項11 に記載の方法。

【請求項16】 上記ステップ(b)がグラファイトサセプタの内表面に上記バリア材料を部分的に被覆することを含む請求項11に記載の方法

【請求項17】 単結晶の成長用にグラファイトサセプ タおよびシリコン融液を入れた石英ルツボを使用するチョクラルスキCzシリコン結晶を引き上げる方法であって、

(a)酸素の拡散のバリアである材料を準備し、かつ

(b) グラファイトサセプタの表面侵食を実質的に減少させ、シリコン融液の加熱を改善ために石英ルツボの外表面に上記バリア材料を含有する層を設けるステップを含む方法。

【請求項18】 上記材料がシリコンナイトライドを含む請求項17に記載の方法。

【請求項19】 上記ステップ(b)が石英ルツボの外表面に上記バリア材料を被覆することを含む請求項17に記載の方法。

3 【請求項20】 上記ステップ(b)が石英ルツボの外 表面に上記バリア材料を部分的に被覆することを含む請求項17に記載の方法

【請求項21】 チョクラルスキCzシリコン結晶の引き上げ装置において使用されるグラファイトサセプタであって、酸素の拡散のバリアとなる材料を含む層からなるグラファイトサセプタ。

【請求項22】 上記材料がシリコンナイトライドを含む請求項21に記載の方法。

【請求項23】 上記バリア層がグラファイトサセプタ 30 の内表面に被覆されていることを含む請求項21に記載 のグラファイトサセプタ。

【請求項24】 チョクラルスキCzシリコン結晶の引き上げ装置において使用される石英ルツボであって、酸素の拡散のバリアである材料を含む層からなり、上記バリア層が石英ルツボの内表面に被覆されている石英ルツボ。

【請求項25】 上記材料がシリコンナイトライドを含む請求項24に記載の石英ルツボ。

【発明の詳細な説明】

40 [0001]

【発明が属する技術分野】全般的に本発明はシリコン結晶を製造する分野に関する。特に、チョクラルスキ(Cz)シリコン結晶引き上げ装置におけるグラファイトサセプタと石英ルツボの改良に関する。

[0002]

【従来の技術】シリコン単結晶用のグラファイトサセプタの侵食は往々にしてグラファイトサセプタの破壊故障につながり、グラファイトサセプターの寿命を短縮する。しかしながら、これまでグラファイトサセプターの侵食を防止する有効な方法はなかった。石英ルツボを保

3

護層で被覆する方法および装置が1986年1月21日 にPinkhasovに出された米国特許第4,56 5.711号に開示されている。これは二つの電極の間 でシリコンを蒸発し、石英ルツボの内表面へのキャリア ーガスとして窒素を使用することにより、石英ルツボの 内表面にシリコンナイトライド (Sia N4)を均一に 堆積する特定のテクニックと装置を開示したものであ る。内部被覆の目的はルツボとシリコン融液の間の相互 作用を防止することである。シリコン加工において酸素 および炭素に関連する離脱を制御する方法と装置が19 83年8月23日にOwn b y らに出された米国特計第 4,440,232号に開示されている。これは炉中の グラファイトの部品をすべてシリコンカーバイド(Si C)で被覆することを開示している。

【0003】1982年10月26日にBerkman らに出された米国特許第4、356、152号には改良 したシリコン溶解ルツボが開示されている。溶融シリコ ンと直接接触するルツボ壁にライナーを設けることによ りシリコン溶解ルツボを改良した。ライナーは両面にシ リコンナイトライドまたはシリコンオキシナイトライド 20 の層を設けたグラファイトシートでできている。ライナ 一の目的はルツボ壁の損傷を防止し、ルツボ壁からの不 純物によるシリコン融液の汚染を減少させることであ る。石英ルツボの内表面にシリコンナイトライド(Si 3 N4 )を被覆した単結晶シリコンシートを成長させる ルツボと型の手段が1978年5月23日にBerkm anらに出されたされた米国特許第4,090,851 号に開示されている。汚染を減少させる目的でシリコン 融液に直接接触する表面にシリコンナイトライド被覆が はシリコン結晶製造プロセスおよび装置に関連した種々 の被覆技術および材料が一般的に開示されてはいるもの の、それらはいずれもグラファイトサセプタの表面の侵 食を防止、あるいは実質的に減少させる目的で意図ある いは設計されたものでない。

# [0004]

【発明が解決しようとする課題】したがって、シリコン の成長中におけるグラファイトサセプタの表面の侵食を 実質的に減少することができ、チョクラルスキ(Cz) シリコン結晶引き上げ装置において用いられるグラファ イトサセプタの寿命を延長する装置および方法を提供す ることが望まれる。説明に用いられる本発明の好ましい 実施の形態はチョクラルスキ(Cz)シリコン結晶引き 上げ装置において用いられるグラファイトサセプタの寿 命を延長する装置および方法を指向している。本発明の 好ましい実施の形態の観点はグラファイトサセプタの内 表面の侵食を実質的に減少し、それによってグラファイ トサセプタの寿命を実質的に延長することである。本発 明の好ましい実施の形態によれば、高温で石英ルツボと 直接接触するグラファイトサセプタの内表面の侵食は結 50 施の形態において、シリコンナイトライド(Si

晶成長中に石英ルツボ(SiO2)からグラファイトサ セプタへの酸素の拡散により引き起こされると考えられ る。

4

【0005】石英ルツボとグラファイトサセプタの接触 界面での固相反応は

SiO<sub>2</sub> (固体) + 3C (固体) ->SiC (固体) + 2CO(気体)

であると考えられている。ここで、上記SiO2 固体は 石英ルツボを、上記カーボン (C) 固体はグラファイト サセプタを、上記シリコンカーバイド (SiC) 固体は グラファイトサセプタの内表面の生成組成物を構成する ものであり、上記ガス状一酸化炭素(CO)は蒸気生成 物である。上記反応はカーボンを消耗し、グラファイト サセプタの侵食と破壊故障を引き起こす。したがって、 本発明の目的はグラファイトサセプタ内表面の侵食を防 止し、それによってグラファイトサセプタの破壊故障を 実質的に減少させて、その有効な寿命を延長することで ある。

#### [0006]

【課題を解決するための手段】この目的に到達するた め、本発明の好ましい実施の形態によれば、石英ルツボ の外表面とグラファイトサセプタの内表面との間に酸素 の拡散に有効なバリア層を設け、高温の結晶成長の間の 二酸化ケイ素 (SiO2) の石英ルツボとグラファイト サセプタからのカーボン (C) 固体の直接接触を防止す る。この構成は、グァイトサセプタの内表面での一酸化 炭素の生成とカーボンの消耗を防止し、もしこのように しなければグラファイトサセプタの表面侵食に至る。結 果として、この構成は、もしそうしなければ表面侵食か 施される。しかしながら、上述の従来技術の参考文献に 30 ら生ずるグラファイトサセプタの破壊故障を、実質的に 減少させる。さらに、バリア層はまたルツボの熱を吸収 する能力を改善する。

> 【0007】好ましい実施の形態には、チョクラルスキ (Cz)シリコン結晶引き上げ装置において用いられる グラファイトサセプタの寿命を延長するための装置、す なわち、石英ルツボの外表面とグラファイトサセプタの 内表面の間に設けられ、それらの間の酸素拡散を防止す るバリア層を含む装置が含まれる。さらに、他の好まし い実施の形態には、チョクラルスキ(Cz)シリコン結 晶引き上げ装置において用いられるグラファイトサセプ タの寿命を延長する方法が含まれる。この方法には石英 ルツボの外表面とグラファイトサセプタの内表面の間に バリア層を設け、それらの間の酸素拡散を防止する方法 が含まれる。本発明の好ましい実施の形態において、シ リコンナイトライド(Si3N4)は酸素拡散に有効な バリアであるので、バリア層の材料として選択される。 本発明の一つの好ましい実施の形態において、シリコン ナイトライド (Si3 N4) 層が石英ルツボの外表面の 被覆として設けられる。本発明のもう一つの好ましい実

5

3 N4 ) 層がグラファイトサセプタの内表面の被覆とし て設けられる。シリコンナイトライド(Sia Na)層 は種々の手法とプロセス、例えばケミカルベーパーデポ ジション (CVD) によって形成することができる。 [0008]

【発明の実施の形態】上の説明を参照し、添付の図面を 関連させれば上述および他の本発明の特徴とそれらを入 手するための方法はより明確になり、最も良く理解でき るであろう。これらの図面は本発明の典型的な実施の形 態のみを表すもので、範囲を限定するものでない。それ 10 らは特徴と詳細を付け加えるのに役立つ。添付の図面は 本発明の好ましい実施の形態を特定し表示するが、それ らを参照し、以下の詳細な説明を考慮すれば、本発明の 更なる利益と利点は明白になるであろう。図1を参照す ると、本発明を使用するチョクラルスキ(Cz)シリコ ン結晶製造装置すなわち Cz結晶引き上げ装置10の説 明図が図示されている。チョクラルスキ(Cz)シリコ ン結晶引き上げ装置10は、チョクラルスキ(Cz)シ リコン結晶引き上げ装置10の下室を形成する基盤14 の上に設置された周辺遮蔽12およびチョクラルスキ (Cz)シリコン結晶引き上げ装置10の上室を形成す る周辺遮蔽12の上に設置された管状の遮蔽16を有す

【0009】チョクラルスキ(Cz) シリコン結晶引き 上げ装置10の中心にグラファイトサセプタ18が位置 する。グラファイトサセプタ18は回転できるシャフト 20に乗っている。グラファイトサセプタ18の内部に は、シリコン融液24を入れた石英ルツボ22がある。 典型的なチョクラルスキシリコン結晶引き上げ装置にお いては、石英ルツボ22の外表面がグラファイトサセプ 30 タ18の内表面と接触するように、石英ルツボ22の外 部の輪郭は、グラファイトサセフタ18の内部の輪郭と 類似である。しかしながら、石英ルツボ22の外部の輪 郭は内部の輪郭と異なることもある。加熱器26はグラ ファイトサセプタ18と周辺遮蔽12の間に組み立てら れる。加熱器26は基盤14の下部で手が届く電極28 を持つ電熱ヒーターである。また、一つまたはそれ以上 の熱遮蔽30が加熱器26と周辺遮蔽12の間に組み立 てられる。種結晶をつるすための、長く延びた回転ケー 方に延びている。 シリコン結晶のインゴット34の種結 晶とネック部が概略的に図1の36で示されている。シ リコン融液24からシリコン結晶のインゴット34を引 き上げる間、種結晶とネック部36は吊り下げケーブル 32によって回転することができる。 種結晶とネック部 36を吊り下げケーブル32で回転する場合、グラファ イトサセプタ18もシャフト20により反対方向に回転 することができ、シリコン結晶のインゴット34の形成 を促進する。

22とグラファイトサセプタ18の間のバリア層40を 設けることにより、従来のチョクラルスキ(Cz)シリ コン結晶引き上げ装置の改良をすることである。一つの 好ましい実施の形態において、バリア層40は図2に示 すように、石英ルツボ22の外表面44への被覆であ る。組み立て後、バリア層40を被覆した石英ルツボ2 2は図2に示すようにグラファイトサセプタ18の内表 面46と接触する。もう一つの好ましい実施の形態にお いて、バリア層40が図3に示すように、グラファイト サセプタ18の内表面46への被覆であることも可能で ある。組み立て後、バリア層40を被覆したグラファイ トサセプタ18は石英ルツボ22の外表面44と接触す る。いずれの配置においても、最終結果は実質的に同じ であり、組み立て後、被覆バリア層40が石英ルツボ2 2の外表面44とグラファイトサセプタ18の内表面4 6の間に設けられる。

6

【0011】被覆層40は石英ルツボ22の外表面44 とグラファイトサセプタ18の内表面46の間の酸素拡 散と相互作用のバリアを提供する。 以上に議論したよう に、従来のグラファイトサセプタの内表面の侵食は結晶 20 成長中に石英ルツボとグラファイトサセプタが直接接触 する時、石英ルツボ(SiO2 )からグラファイトサセ プターへの酸素の拡散により引き起こされる。 本発明の 好ましい実施の形態におけるように、バリア層40によ り隔離されれば、石英ルツボ22とグラファイトサセプ タ18の直接接触は起こらない。この配置によれば、高 温の結晶成長時に従来のグラファイトサセプタで内表面 からのカーボンのロスにより引き起こされる侵食は効果 的に防止される。したがって、本発明の好ましい実施の 形態によれば、さもないとグラファイトサセプタ18の 表面の侵食から生ずる破壊故障を減少させ、グラファイ トサセプタ18の寿命を実質的に延長する。

【0012】グラファイトサセプタ18の表面侵食を防 止するのに、石英ルツボ22の全外表面44あるいはグ ラファイトサセプタ18の内表面46を被覆することは 必ずしも必要でないことは理解されるべきである。特定 の結晶引き上げ装置および石英ルツボの寸法に依って、 石英ルツボ22あるいはグラファイトサセプタ18にお けるシリコンナイトライドの堆積の位置および範囲は変 ブル32が管状の遮蔽16により形作られる上室から下 40 わる。一般的に言えば、腐食が最も起きる個所に、シリ コンナイトライドをより多く堆積する。この技術におい てスキルを有する者であれば、過度の実験作業をするこ となく、石英ルツボ22あるいはグラファイトサセプタ 18へのシリコンナイトライドの堆積の位置および範囲 を決めることは可能であるはずである。本発明の実施の 形態において、被覆において使用される材料は、シリコ ンナイトライド (Si3 N4) である。シリコンナイト ライド (Si3 N4) 層は、ケミカルベーパーデポジシ ョン(CVD)または他の適切な被覆プロセスにより石 【0010】本発明の実施の形態の観点は、石英ルツボ 50 英ルツボ22の外表面44とグラファイトサセプタ18

7

の内表面46に被覆される。

#### [0013]

【発明の効果】本発明の好ましい実施の形態における重 要な利点は、グラファイトサセプタの寿命を実質的に延 長することである。本発明の発明者の実験によれば、石 英ルツボ22の外表面44とグラファイトサセプタ内表 面の間のCVDシリコンナイトライド(Sia N4)層 はグラファイトサセプタの破壊表面の侵食を減少させ、 グラファイトサセプタの寿命を約250%延長した。加 えて、石英ルツボへのシリコンナイトライドの被覆は、 上記ルツボの熱を吸収する能力を改善する。石英ルツボ は半透明で、シリコンナイトライドの被覆が熱を吸収す るので、シリコン融液全体の加熱を改善する。勿論、研 究の結果明白になったものであれ、また、機械的、化学 的あるいは電子的な設計のルーチンの事項であれ、本発 明の種々の面からの変形はこの技術においてスキルを有 する者には明白である。特定の設計は特別の応用に依存 し、他の実施の形態も可能である。このように、本発明 の範囲はここで説明した特別な実施の形態に限定される ものでなく、添付の請求の範囲およびその均等物によっ 20 てのみ規定されるべきである。本発明によるシステムは 本質的な特徴を離脱することなく他の特定な形式で実施 できる。説明した実施例はすべての点で単に記述するた めのもので制限するためのものでないと考えられるべき である。したがって、本発明の範囲は前述の説明よりも むしろ添付の特許請求の範囲により示される。特許請求 の範囲の均等物の意味および範囲内の変更はすべてそれ らの範囲に包含される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施の形態を使用した、チョクラルスキ(Cz)シリコン結晶引き上げ装置の配置を図示する説明図である。

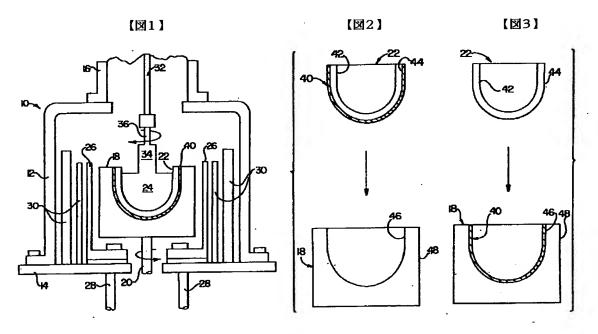
8

【図2】酸素の拡散を防止するバリアー層が石英ルツボ の外表面の被覆として設けられている、本発明の好まし い実施の形態を図示する説明図である。

【図3】酸素の拡散を防止するバリアー層がグラファイトサセプタの内表面の被覆として設けられている、本発明の好ましい実施の形態を図示する説明図である。

### 【符号の説明】

- 10 Cz結晶引き上げ装置
- 12 周辺遮蔽
- 14 基盤
- 16 連蔽
- 18 グラファイトサセプタ
- 20 シャフト
- 22 石英ルツボ
- 24 シリコン融液
- 0 26 加熱器
- 28 電極
  - 30 熱遮蔽
  - 32 吊り下げケーブル
  - 34 インゴット
  - 36 ネック部
  - 40 バリア層
  - 44 外表面
  - 46 内表面



# フロントページの続き

(72)発明者 ゲイリー・ランドルフ・ハイド アメリカ合衆国、98682 ワシントン、ヴ ァンクーヴァー、ノース・イースト・フィ フティース・ストリート 14616 (72)発明者 メンギツ・イェマネ - ベルハネ アメリカ合衆国、ワシントン、ヴァンクー ヴァー、ノース・イースト・サーティーフ ァースト・アヴェニュー 15909

(72)発明者 アキラ・ウチカワ アメリカ合衆国、98684 ワシントン、ヴァンクーヴァー、ノース・イースト・セヴ ンス・ストリート 1301、#ピー・6